

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口蔬菜中水胺硫磷残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口菜心、花菜及西红柿中水胺硫磷残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1 000件为一个检验批。同一检验批内商品应具有同一特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

批量(件)	最低抽样数(件)
1~25	1
26~100	5
101~250	10
251~1000	15

2.3 抽样工具

2.3.1 取样刀：不锈钢菜刀。

2.3.2 样品袋：聚乙烯塑料食品袋。

2.4 抽样方法

按2.2规定的抽样件数，在不同部位随机抽取，逐件开启。每件抽取样品不少于500g，为原始样，原始样品总量不得少于2kg，将所取样品装入样品袋内，加封后，标明标记，及时送实验室。

2.5 试样制备

将所取原始样品混匀，取可食部分，切碎，按四分法缩分出500g，经组织匀浆机匀浆成均匀的样品，均分成两份，装入洁净的广口瓶中，密封，标明标记，作为实验室样品。

当处理不易匀浆的叶菜类样品时，先将缩分过的样品切碎精确称重。然后将切碎的样品倒入组织匀浆机内，按样品重量的20%加入蒸馏水，匀浆。注意后加入的水分，称样时要扣除。上述操作的每一步都应详细记录。

2.6 试样保存

将试样于-18℃冷冻保存，备用。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

蔬菜中的水胺硫磷[0—甲基—0—(邻—异丙氧基羰基苯基)硫代磷酰胺]经丙酮和二氯甲烷混合液提取，再用二氯甲烷提取两次，过层析柱净化，最后浓缩至一定体积供气相色谱仪火焰光度检测器进行检测，以外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相适应的去离子水。

3.2.1 丙酮：重蒸馏。

3.2.2 二氯甲烷：重蒸馏。

3.2.3 无水硫酸钠：经650℃灼烧4h，存放于干燥器内备用。

3.2.4 活性炭粉：层析用。

3.2.5 水胺硫磷标准品：纯度>98%。

3.2.6 标准溶液配制：称取25mg水胺硫磷标准品，精确至0.1mg，用二氯甲烷溶解于100mL容量瓶中并定容作为标准储备溶液，浓度为0.250mg／mL。根据需要用二氯甲烷再配成适当浓度的标准工作溶液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪：配备火焰光度检测器(φ滤光片)和积分仪。

3.3.2 组织匀浆机。

3.3.3 旋转蒸发器。

3.3.4 微量注射器：5μL。

3.3.5 带刻度尾管蒸发器：120mL，刻度尾管5mL。

3.3.6 层析柱：内径10mm，长200mm，带有50mL的贮液斗。柱下端填有少量玻璃棉。依次填入15cm高无水硫酸钠，2cm高活性炭粉。

注：当蔬菜样品颜色较浅时，层析柱内的活性炭粉可不加。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取和净化：

称取10g(精确到0.1g)样品，于250mL具塞锥形瓶内，加0.5g活性炭粉、20g无水硫酸钠、35mL丙酮和二氯甲烷混合液(1+6，V／V)，振荡提取15min。静置2min，将上层清液过层析柱，收集流出液于蒸发瓶内。再重复提取残渣两次，每次用20mL二氯甲烷提取10min。将上层清液过层析柱，收集流出液于蒸发瓶内，用10mL二氯甲烷分数次洗层析柱。合并提取液和洗液于蒸发瓶内，在42±2℃水浴中，用旋转蒸发器，浓缩定容至5.0mL。

3.4.2 测定

3.4.2.1 色谱柱

a. 玻璃柱，2mX3mm(内径)，填料为3.0%OV—101涂于Chromosorb W HP(80~100目)；

b. 熔融硅石英毛细管柱，25mX0.53mm(内径)，涂OV—1701，膜厚1.0μm。

3.4.2.2 色谱条件

	玻璃柱	毛细管柱
a. 氮气：纯度≥99.99%	60mL／min	25mL／min
b. 氢气：	80mL／min	75mL／min
c. 空气：	120mL／min	100mL／min
d. 尾吹气(N ₂)		30mL／min
e. 柱温或初始温度：	210℃	150℃
f. 保温时间(开始)：		0min
g. 升温速率：		10℃／min
h. 终点温度：		260℃
i. 保温时间(终末)：		0min
j. 进样口温度：	230℃	230℃
k. 检测器温度：	260℃	300℃

3.4.2.3 色谱测定

根据样液中水胺硫磷含量的情况选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中水胺硫磷响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准溶液和样液等体积交替进样测定，在上述色谱条件下，水胺硫磷保留时间约为4min(玻璃柱)，7min(毛细管柱)。

3.4.3 空白试验

除不称取样品外，均按上述测定步骤进行。

3.4.4 结果计算

用色谱数据处理机或按下式计算样品中水胺硫磷残留量：

$$X=\frac{A\cdot c_s\cdot V}{A_s\cdot m}$$

式中：X—蔬菜样品中水胺硫磷含量，mg／kg；

C_s—标准工作液中水胺硫磷浓度，μg／mL；

A—样液中水胺硫磷色谱峰面积积分值，mm²；

A_s—标准工作液中水胺硫磷色谱峰面积积分值，mm²；

V—样液最终定容体积，mL，

m—样品称样量，g。

注：样品称样量m中不含制样时外加的水分。计算结果须将空白值扣除。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限为0.1mg／kg

4.2 回收率

回收率的实验数据：水胺硫磷浓度在0.1~3.0mg／kg范围内时平均回收率为93.7%~95.0%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国中国进出口商品检验技术研究所、中华人民共和国珠海进出口商品检验局、中华人民共和国江西进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人储晓刚、何抗生、黎双珍、茹赤峰、刘生明。

主要参考文献：

John S.Thornton and Charles W.Stanley,Determination Of BAY 93820 Residues in Plant and Animal Tissues by Alkali Flame Gas Chromatography,J.Agr.,Food Chem.,VOl.19,No.1,1971.